

## BEST AVAILABLE COPY

## ORGANIC LIGHT EMITTING ELEMENT

Publication number: JP2003123972

Publication date: 2003-04-25

Inventor: SAITO AKITO; TANABE HIROSHI; UENO KAZUNORI

Applicant: CANON KK

Classification:

- International: C09K11/06; H05B33/14; H05B33/22; C07D271/12; C07D285/01; C07D293/10; C07D417/12; C09K11/06; H05B33/14; H05B33/22; C07D271/00; C07D285/00; C07D293/00; C07D417/00; (IPC1-7): C07D271/12; C07D285/01; C07D293/10; C07D417/12; H05B33/14; C09K11/06; H05B33/22

- european:

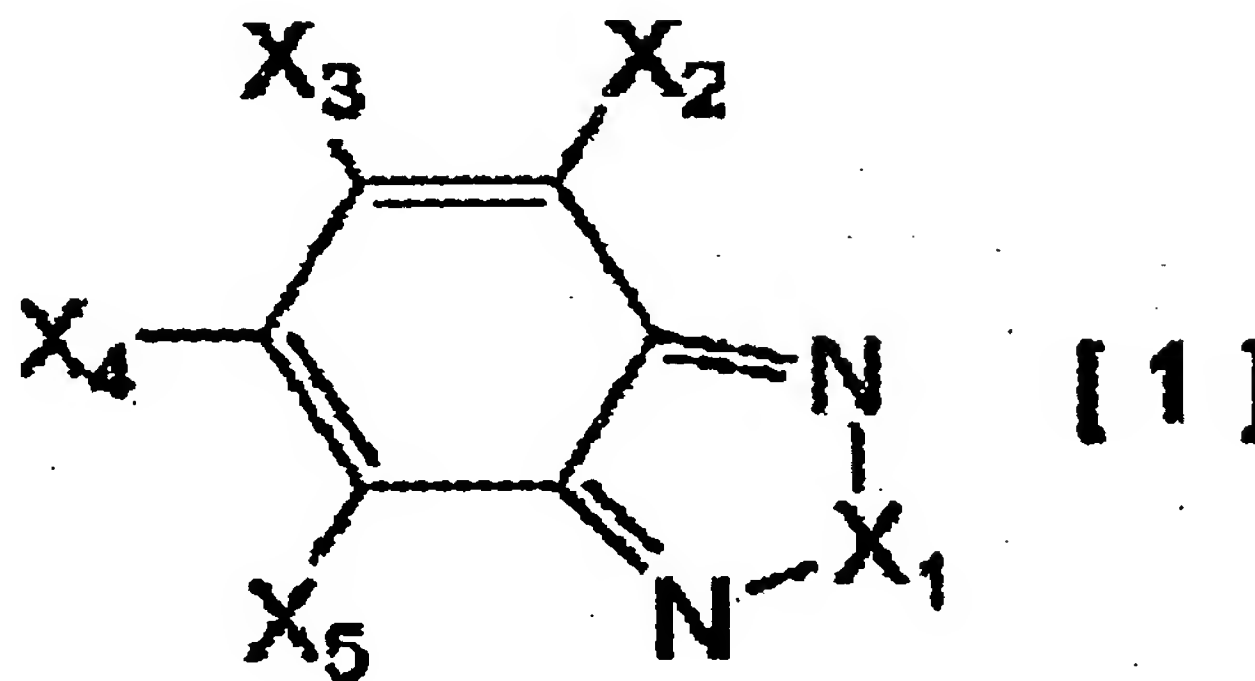
Application number: JP20010311577 20011009

Priority number(s): JP20010311577 20011009

Report a data error here

Abstract of JP2003123972

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an organic light emitting element having a light output of high luminance and long life with extremely high efficiency. SOLUTION: This organic light emitting element comprising at least a pair of electrodes consisting of the anode and the cathode, and one or more layers containing organic compounds put between the electrodes. At least one of the layers containing the organic compounds contains a compound represented by the following general formula [1]. (wherein X2 -X5 each represent H, a halogen atom, a nitro group, or the like, and X1 represents sulfur atom, a sulfoxide group, a sulfone group, or the like).



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-123972

(P2003-123972A)

(43)公開日 平成15年4月25日(2003.4.25)

(51)Int.Cl.

識別記号

F I

テーマト(参考)

H 0 5 B 33/14

H 0 5 B 33/14

B 3 K 0 0 7

C 0 9 K 11/06

6 5 5

C 0 9 K 11/06

6 5 5 4 C 0 3 6

H 0 5 B 33/22

H 0 5 B 33/22

B 4 C 0 5 6

// C 0 7 D 271/12

C 0 7 D 271/12

4 C 0 6 3

285/01

293/10

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 15 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願2001-311577(P2001-311577)

(71)出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(22)出願日

平成13年10月9日(2001.10.9)

(72)発明者 齊藤 章人

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ

ノン株式会社内

(72)発明者 田邊 浩

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ

ノン株式会社内

(74)代理人 100096828

弁理士 渡辺 敬介 (外2名)

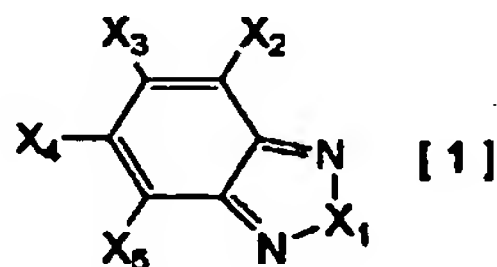
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 有機発光素子

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 極めて高効率で高輝度、高寿命の光出力を有する有機発光素子を提供する。

【解決手段】 陽極および陰極からなる一对の電極と、該一对の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が下記一般式[1]で示される化合物を含有する有機発光素子。

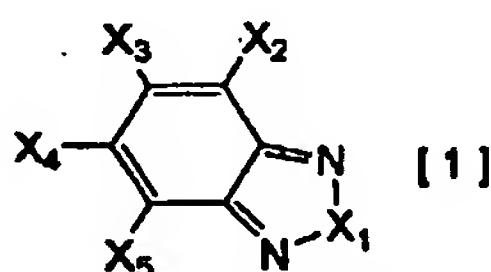


(式中、X<sub>2</sub>~X<sub>5</sub>はH、ハロゲン原子、ニトロ基等、X<sub>1</sub>はイオウ原子、スルホキシド、スルホン等を表わす)

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 陽極および陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が下記一般式〔1〕で示される化合物を含有することを特徴とする有機発光素子。

#### 【化1】



(式〔1〕中、 $X_2 \sim X_5$ は水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、ニトリル基、置換のシリル基、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルケニル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換のアゾメチン基、置換あるいは無置換のアミノ基、置換あるいは無置換のカルボニル基、置換あるいは無置換のエーテル基、置換あるいは無置換の複素環基からなる群より選ばれた基である。 $X_1$ はイオウ原子、スルホキシド、スルホン、酸素原子、セレン原子からなる群より選ばれた基である。)

【請求項2】 前記式〔1〕中、 $X_2 \sim X_5$ のうち、少なくとも一つは $R_1CH=N-$ で表されるアゾメチン基( $R_1$ は、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルケニル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換のアミノ基、置換あるいは無置換のカルボニル基、置換あるいは無置換のエーテル基、置換あるいは無置換の複素環基を表す)であることを特徴とする請求項1に記載の有機発光素子。

【請求項3】 前記式〔1〕中、 $X_2 \sim X_5$ のうち、少なくとも一つは置換あるいは無置換のアミノ基であることを特徴とする請求項2に記載の有機発光素子。

【請求項4】 前記式〔1〕中、 $X_1$ がイオウ原子であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の有機発光素子。

【請求項5】 前記式〔1〕中、 $X_1$ がスルホキシドであることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の有機発光素子。

【請求項6】 前記式〔1〕中、 $X_1$ がスルホンであることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の有機発光素子。

#### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、有機発光素子に関し、詳しくは有機化合物を含む薄膜に電界を印加することにより光を放出する素子に関する。

#### 【0002】

【従来の技術】有機発光素子は、陽極と陰極間に蛍光性有機化合物を含む薄膜を挟持させて、各電極から電子およびホール(正孔)を注入することにより、蛍光性化合物の励起子を生成させ、この励起子が基底状態にもどる際に放射される光を利用する素子である。

【0003】1987年コダック社の研究( Appl. Phys. Lett. 51, 913 (1987) )では、陽極にITO、陰極にマグネシウム銀の合金をそれぞれ用い、電子輸送材料および発光材料としてアルミニウムキノリノール錯体を用い、ホール輸送材料にトリフェニルアミン誘導体を用いた機能分離型2層構成の素子で、10V程度の印加電圧において $1000\text{ cd/m}^2$ 程度の発光が報告されている。関連の特許としては、米国特許4,539,507号、米国特許4,720,432、米国特許4,885,211号等が挙げられる。

【0004】また、蛍光性有機化合物の種類を変えることにより、紫外から赤外までの発光が可能であり、最近では様々な化合物の研究が活発に行われている。例えば、米国特許5,151,629号、米国特許5,409,783号、米国特許5,382,477号、特開平2-247278号公報、特開平3-255190号公報、特開平5-202356号公報、特開平9-202878号公報、特開平9-227576号公報等に記載されている。

【0005】さらに、上記のような低分子材料を用いた有機発光素子の他にも、共役系高分子を用いた有機発光素子が、ケンブリッジ大学のグループ(Nature, 347, 539 (1990))により報告されている。この報告ではポリフェニレンビニレン(PPV)を塗工系で成膜することにより、単層で発光を確認している。共役系高分子を用いた有機発光素子の関連特許としては、米国特許5,247,190号、米国特許5,514,878号、米国特許5,672,678号、特開平4-145192号公報、特開平5-247460号公報等が挙げられる。

【0006】このように有機発光素子における最近の進歩は著しく、その特徴は低印加電圧で高輝度、発光波長の多様性、高速応答性、薄型、軽量の発光デバイス化が可能であることから、広汎な用途への可能性を示唆している。

【0007】しかしながら、現状では更なる高輝度の光出力あるいは高変換効率が必要である。また、長時間の使用による経時変化や酸素を含む雰囲気気体や湿気などによる劣化等の耐久性の面で未だ多くの問題がある。さらにはフルカラーディスプレイ等への応用を考えた場合、色純度の良い青、緑、赤の発光が必要となるが、この問題に関してもまだ十分に解決されておらず、特に赤色の有機発光素子に関しては十分に満足できるものは得られていない。

【0008】電子輸送層や発光層などに用いる蛍光性有機化合物として、複素環を有する化合物が数多く研究されている。例えば、ピロール化合物、チオフェン化合物、オキサゾール化合物、オキサジアゾール化合物、チアジアゾール化合物などが挙げられる。これらの中で比較的多くの報告例があるオキサゾール化合物については、例えば、特開平5-214335号公報、特開平9-188876号公報、特開平11-345686号公報などが挙げられるが、発光輝度や耐久性、赤色発光について十分に満足できるものは得られていない。

【0009】チアジアゾール化合物についても、例えば特開平5-222361号公報などが挙げられるが、十分に満足できる発光輝度や耐久性、赤色発光素子は得られていない。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような従来技術の問題点を解決するためになされたものであり、極めて高効率で高輝度、高寿命の光出力を有する有機発光素子を提供することを目的とする。

【0011】また、十分に満足のできるものが得られていない赤色の発光色相を呈する有機発光素子を提供することを目的とする。

【0012】さらには、製造が容易でかつ比較的安価に作成可能な有機発光素子を提供することを目的とする。

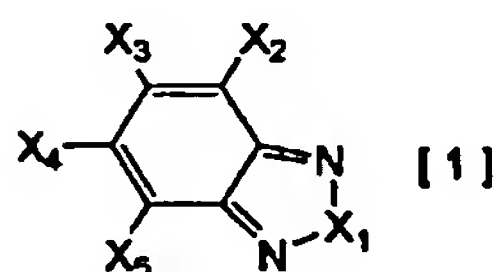
【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上述の課題を解決するために鋭意検討した結果、陽極及び陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が特定の化合物を含有することにより、より高効率で高輝度の光出力を有する有機発光素子を作成することが可能となることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0014】即ち、本発明の有機発光素子は、陽極および陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が下記一般式〔1〕で示される化合物を含有することを特徴とする。

【0015】

〔化2〕



【0016】(式〔1〕中、 $X_2 \sim X_5$ は水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、ニトリル基、置換のシリル基、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換の

アラルキル基、置換あるいは無置換のアルケニル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換のアゾメチン基、置換あるいは無置換のアミノ基、置換あるいは無置換のカルボニル基、置換あるいは無置換のエーテル基、置換あるいは無置換の複素環基からなる群より選ばれた基である。 $X_1$ はイオウ原子、スルホキシド、スルホン、酸素原子、セレン原子からなる群より選ばれた基である。)

【0017】本発明の有機発光素子においては、前記式〔1〕中、 $X_2 \sim X_5$ のうち、少なくとも一つは $R_1CH=N$ で表されるアゾメチン基( $R_1$ は、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルケニル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換のアミノ基、置換あるいは無置換のカルボニル基、置換あるいは無置換のエーテル基、置換あるいは無置換の複素環基を表す)であることが好ましく、更に、前記式〔1〕中、 $X_2 \sim X_5$ のうち、少なくとも一つは置換あるいは無置換のアミノ基であることがより好ましい。

【0018】また、 $X_1$ はイオウ原子、スルホキシド、またはスルホンであることが好ましい。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。

【0020】まず、本発明で用いる上記一般式〔1〕で示される化合物について説明する。

【0021】一般式〔1〕における置換基 $X_2 \sim X_5$ 、 $R_1$ の具体的な例を以下に示す。

【0022】置換のシリル基としては、ジメチルシリル基、トリメチルシリル基、トリエチルシリル基、トリフェニルシリル基、*tert*-ブチルジメチルシリル基、*tert*-ブチルジフェニルシリル基等があげられる。

【0023】置換あるいは無置換のアルキル基、アラルキル基としては、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、*iso*-プロピル基、*tert*-ブチル基、オクチル基、ベンジル基、フェネチル基等が挙げられる。

【0024】置換あるいは無置換のアルケニル基としては、ビニル基、アリル基(2-プロペニル基)、1-プロペニル基、*iso*-プロペニル基、2-ブテニル基等が挙げられる。

【0025】置換あるいは無置換のアルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、2-エチル-オクチルオキシ基、フェノキシ基、4-ブチルフェノキシ基、ベンジルオキシ基等が挙げられる。

【0026】置換あるいは無置換のアリール基としては、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アントラニル基、フェナントリル基、ピレニル基、フェロセニル基等が挙げられる。

【0027】置換あるいは無置換のアゾメチン基として

は、メチルイミノ基、エチルイミノ基、フェニルイミノ基、(4-ジメチルアミノフェニル)イミノ基、(4-シアノフェニル)イミノ基、(4-フルオロフェニル)イミノ基、2-ピリジルイミノ基、9-アントラニルイミノ基、1-ピレニルイミノ基等があげられる。

【0028】置換または無置換のアミノ基としては、メチルアミノ基、エチルアミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、メチルエチルアミノ基、ベンジルアミノ基、メチルベンジルアミノ基、アニリノ基、ジフェニルアミノ基、フェニルトリルアミノ基、ジトリルアミノ基等が挙げられる。

【0029】置換または無置換のカルボニル基としては、アセチル基、プロピオニル基、イソブチリル基、メタクリロイル基、ベンゾイル基、ナフトイル基、アントライル基、トルオイル基等が挙げられる。

【0030】置換あるいは無置換のエーテル基としては、メトキシメチル基、メトキシジメチルメチル基、メトキシエチル基、エトキシメチル基、フェノキシメチル基等があげられる。

【0031】置換あるいは未置換の複素環基としては、ピリジル基、ピピリジル基、メチルピリジル基、チエニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル

基、キノリル基、カルバゾリル基、N-エチルカルバゾリル基等が挙げられる。

【0032】また、これらの $X_2 \sim X_5$ 、 $R_1$ が有しても良い置換基としては、上記のようなハロゲン原子、ニトロ基、ニトリル基、シリル基、アルキル基、アラルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、アリール基、アゾメチン基、アミノ基、カルボニル基、エーテル基、複素環基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0033】次に、一般式[1]で示される化合物についてその代表例を挙げる。ただし、これらの化合物に限定されるものではない。

【0034】尚、化合物No. におけるa~eは、以下を意味する。

a : X = S

b : X = SO

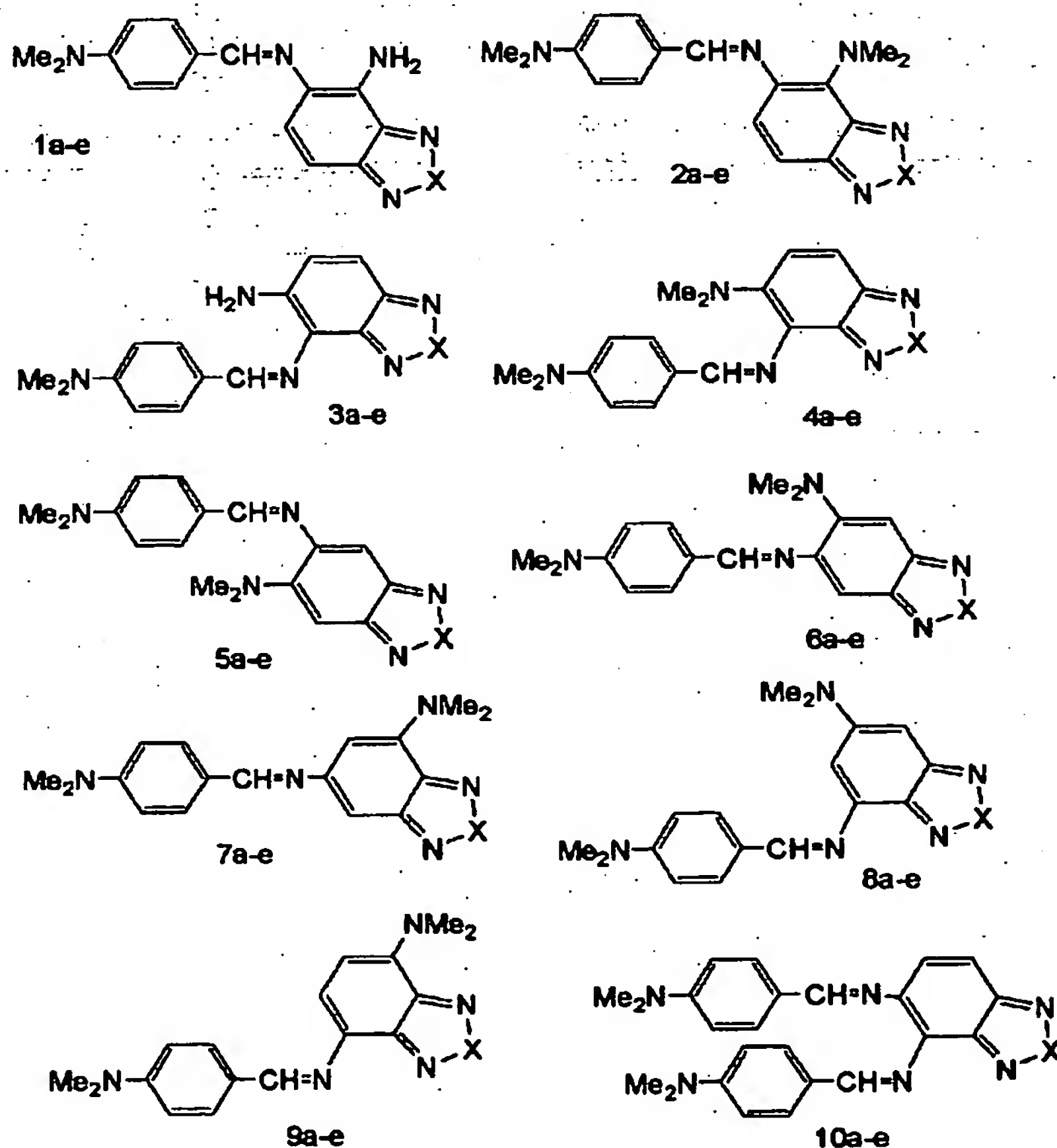
c : X = SO<sub>2</sub>

d : X = Se

e : X = O

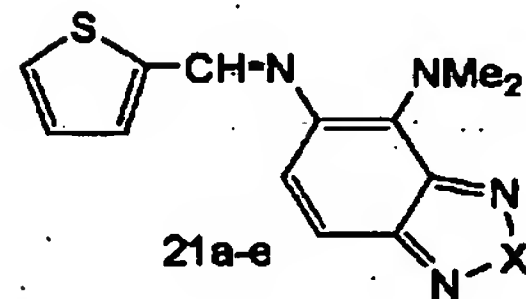
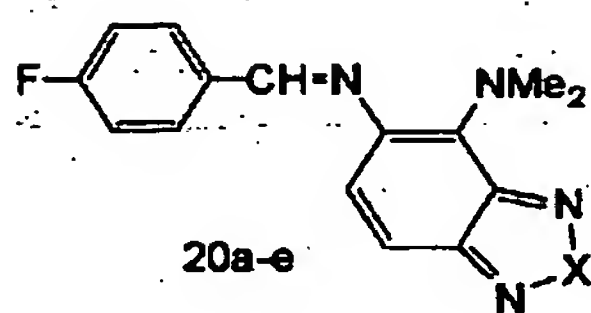
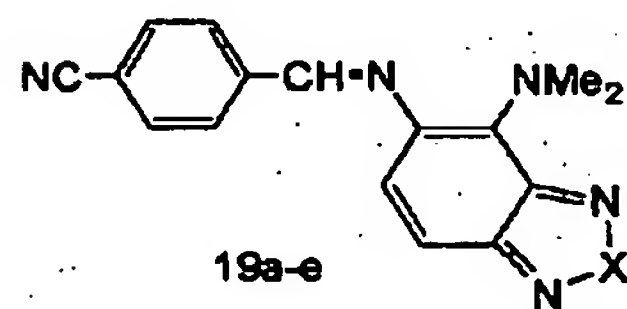
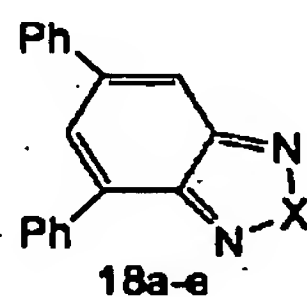
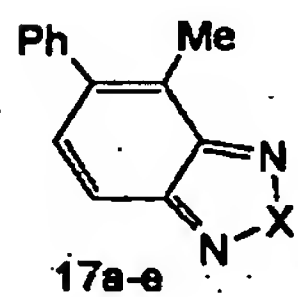
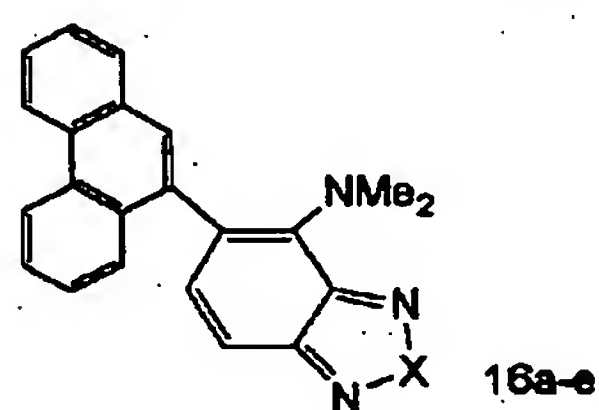
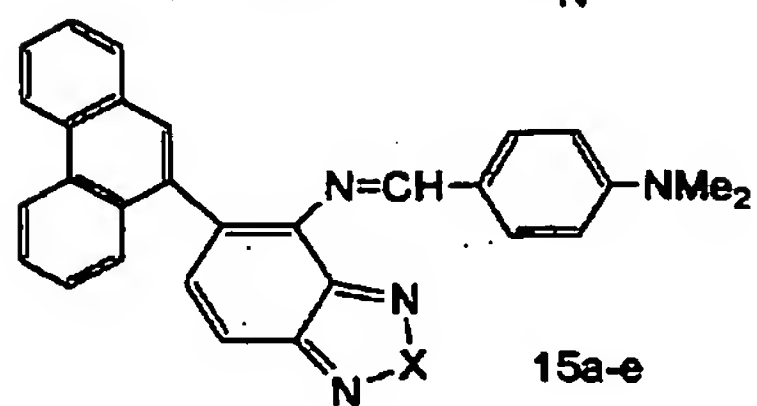
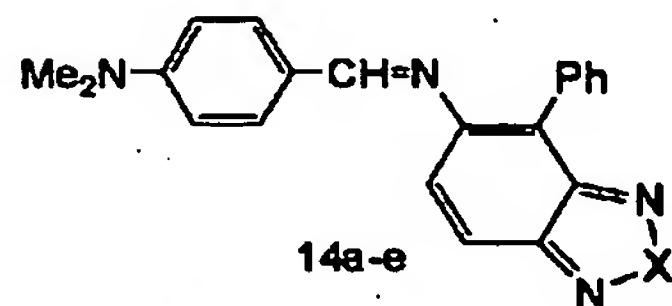
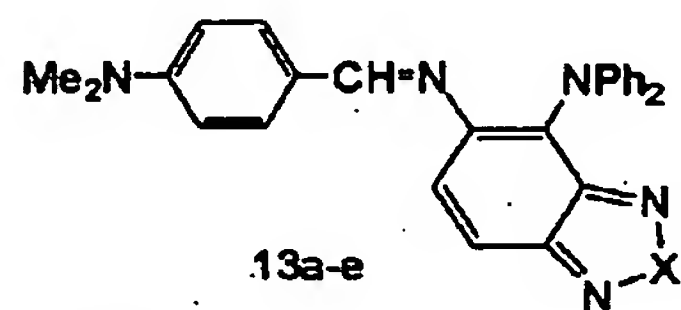
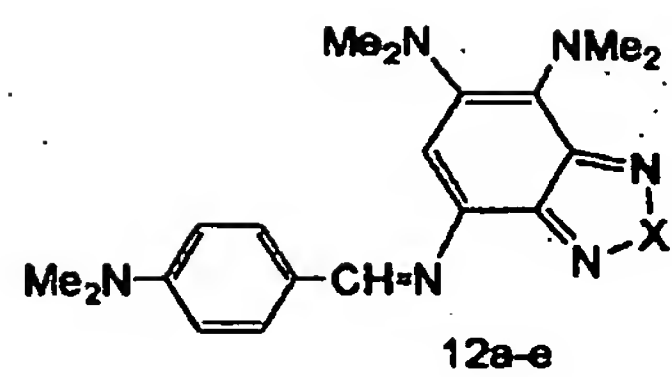
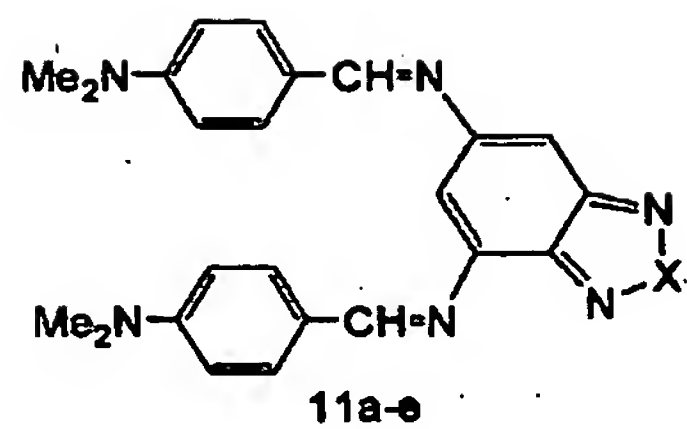
【0035】

【化3】



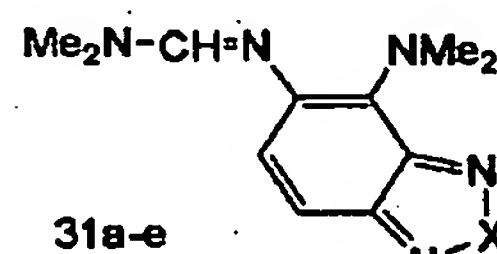
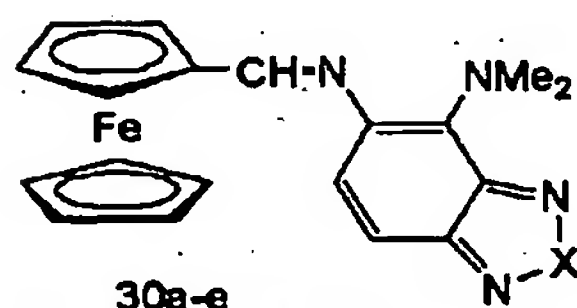
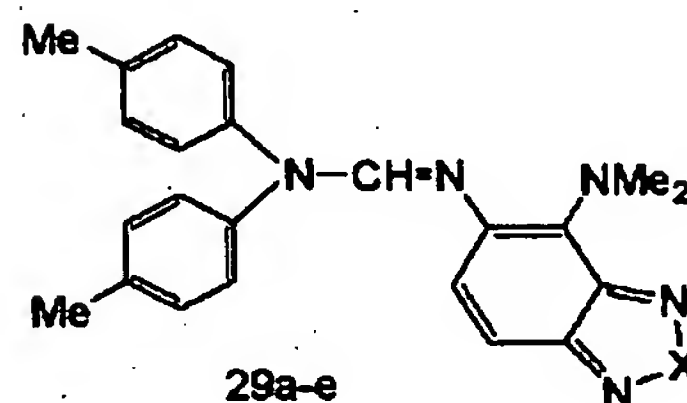
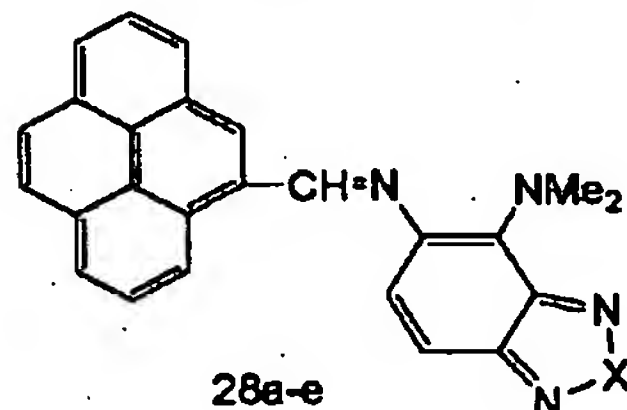
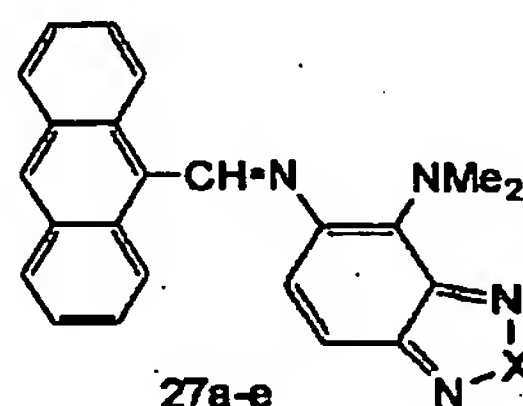
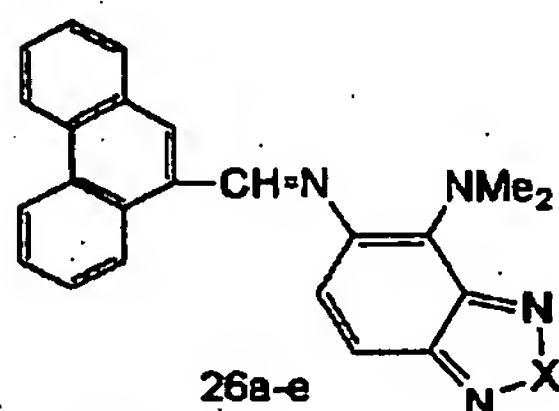
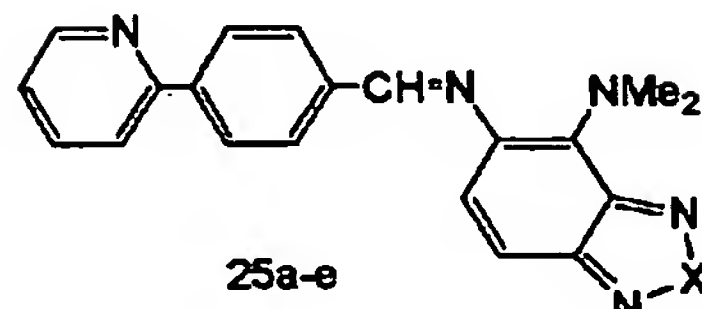
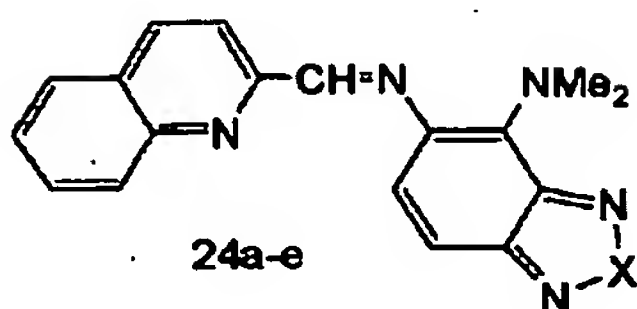
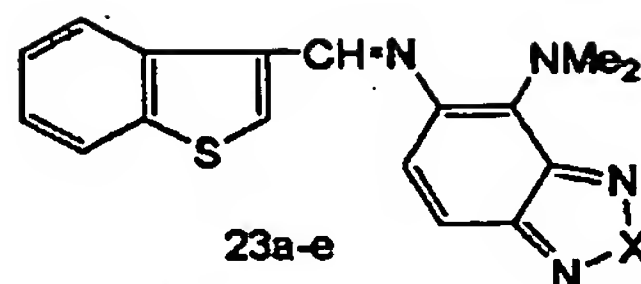
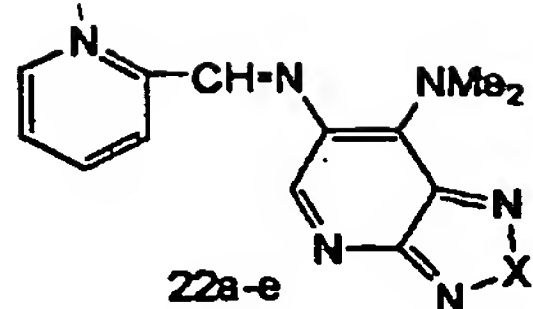
【0036】

【化4】



【0037】

【化5】



【0038】次に、本発明の有機発光素子について図面に沿って説明する。

【0039】図1は本発明の有機発光素子の一例を示す断面図である。図1は基板1上に陽極2、発光層3及び陰極4を順次設けた構成のものである。ここで使用する発光素子はそれ自体でホール輸送能、エレクトロン輸送能及び発光性の性能を単一で有している場合や、それぞれの特性を有する化合物を混ぜて使う場合に有用である。

【0040】図2は本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図2は基板1上に陽極2、ホール輸送層5、電子輸送層6及び陰極4を順次設けた構成のものである。この場合、発光物質はホール輸送性かあるいは電子輸送性のいずれかあるいは両方の機能を有している材料をそれぞれの層に用い、発光性の無い単なるホール輸送物質あるいは電子輸送物質と組み合わせて用いる場合に有用である。また、この場合、発光層はホール輸送層5あるいは電子輸送層6のいずれかから成る。

【0041】図3は本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図3は基板1上に陽極2、ホール輸送層5、発光層3、電子輸送層6及び陰極4を順次

設けた構成のものである。これはキャリア輸送と発光の機能を分離したものであり、ホール輸送性、電子輸送性、発光性の各特性を有した化合物と適時組み合わせて用いられ極めて材料選択の自由度が増すとともに、発光波長を異にする種々の化合物が使用できるため、発光色相の多様化が可能になる。さらに、中央の発光層3に各キャリアあるいは励起子を有効に閉じこめて発光効率の向上を図ることも可能になる。

【0042】ただし、図1～3はあくまでごく基本的な素子構成であり、本発明の化合物を用いた有機発光素子の構成はこれらに限定されるものではない。例えば、電極と有機層界面に絶縁性層を設ける、接着層あるいは干渉層を設ける、ホール輸送層がイオン化ポテンシャルの異なる2層から構成されるなど多様な層構成をとることができる。

【0043】本発明に用いられる一般式[1]で示される化合物は、従来の化合物に比べいずれも極めて発光性、電子注入性、電子輸送性の優れた化合物であり、図1～図3のいずれの形態をも使用することができる。

【0044】特に、本発明の一般式[1]で示される化合物を用いた有機層は、発光層として有用であり、電子

輸送層としても有用である。

【0045】本発明の有機発光素子においては、一般式【1】で示される化合物のうち少なくとも一種類を真空蒸着法や溶液塗布法により陽極2及び陰極4の間に形成する。その有機層の厚みは10 $\mu$ mより薄く、好ましくは0.5 $\mu$ m以下、より好ましくは0.05~0.5 $\mu$ mの厚みに薄膜化することが好ましい。また、これまで知られている発光性化合物、発光層マトリックス化合物と一緒に使用することができる。

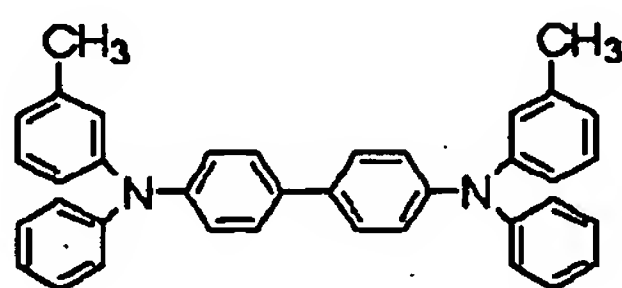
【0046】本発明においては、発光層、電子輸送層構

成成分として前記一般式【1】で示される化合物を用いるものであるが、必要に応じてこれまで知られているホール輸送性化合物、発光性化合物、発光層マトリックス化合物、電子輸送性化合物、電荷輸送性ポリマー材料、発光性ポリマー材料（例えば以下に示される化合物等）を必要に応じて一緒に使用することもできる。但し、もちろんこれらに限定されるものではない。

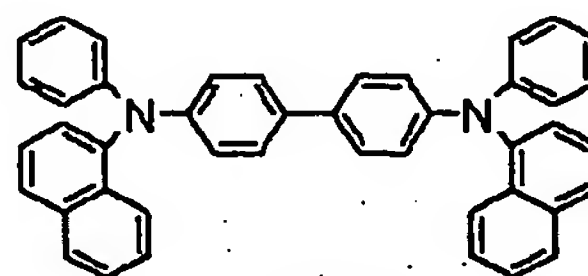
【0047】

【化6】

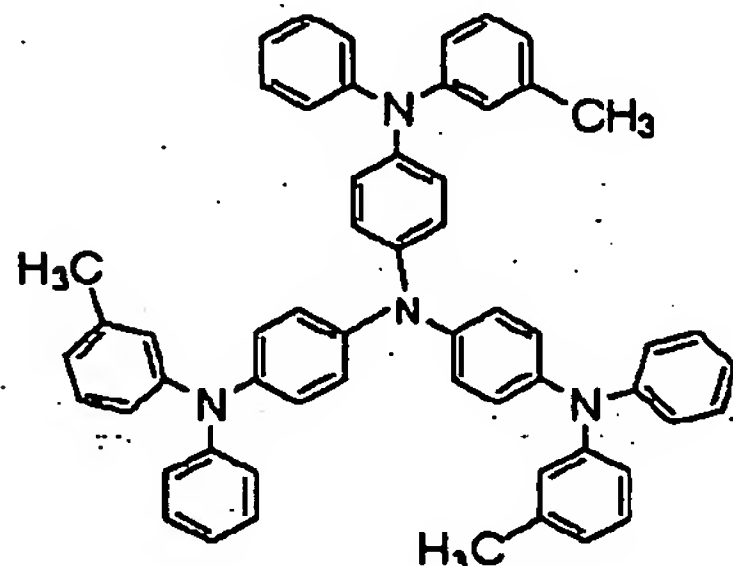
# ホール輸送性化合物



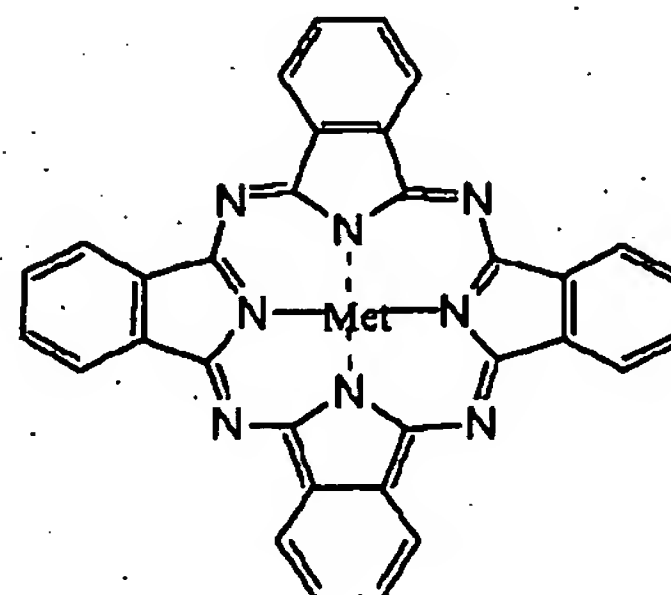
TPD



$\alpha$ -NPD

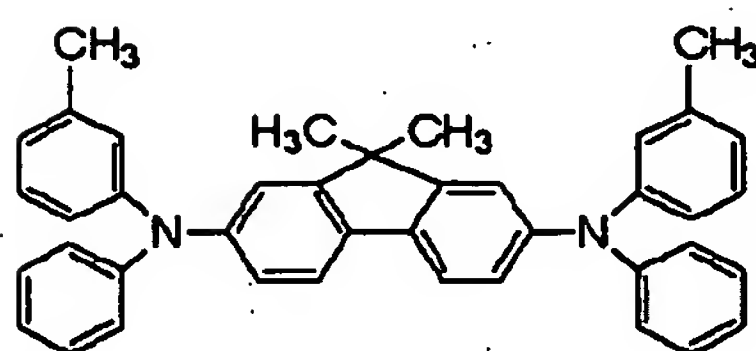


m-MTDATA

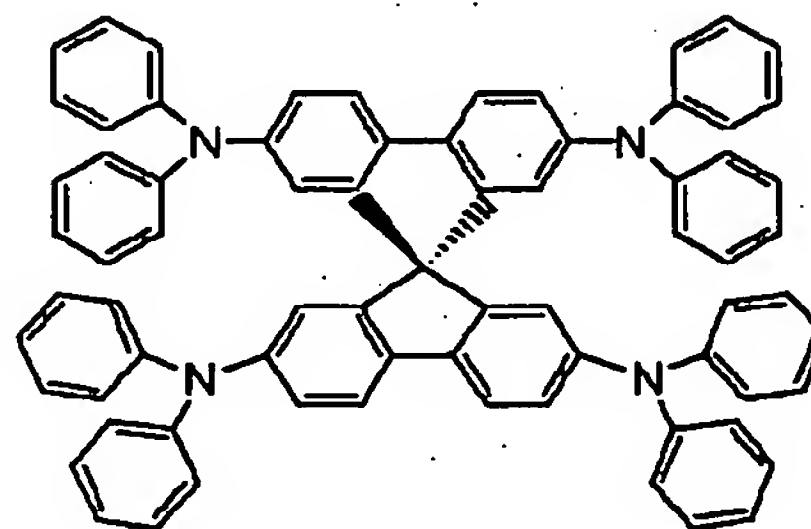


Met : Cu, Mg, AlCl, TiO<sub>2</sub>, SiCl<sub>2</sub> etc

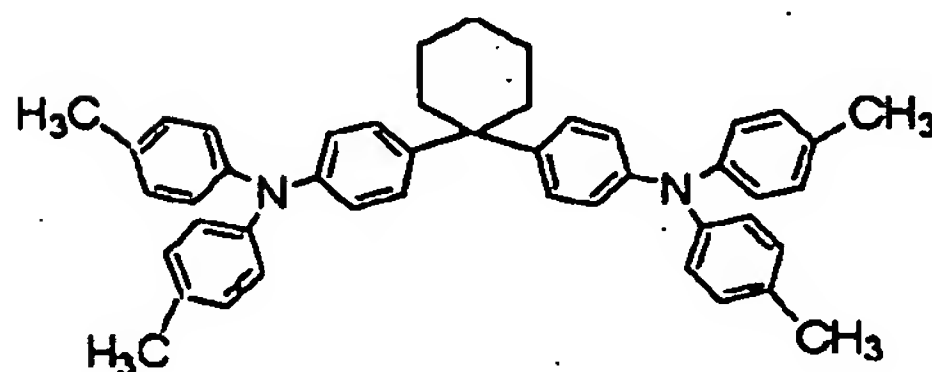
Met-Pc



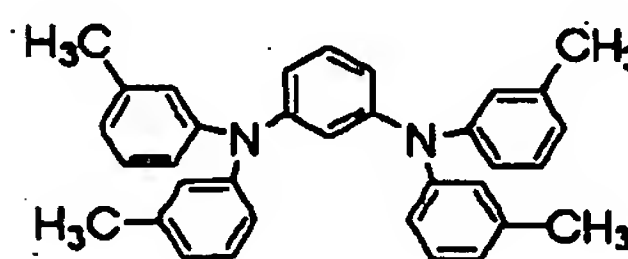
DTDPFL



spiro-TPD



TPAC

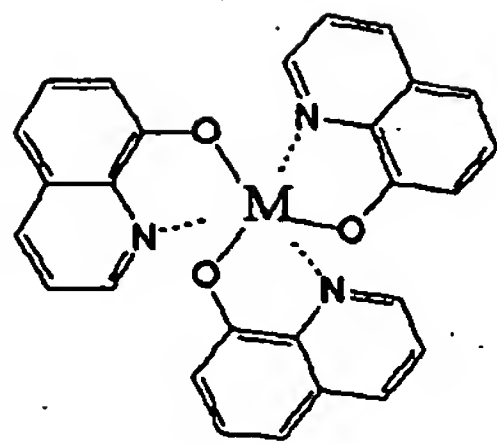


PDA

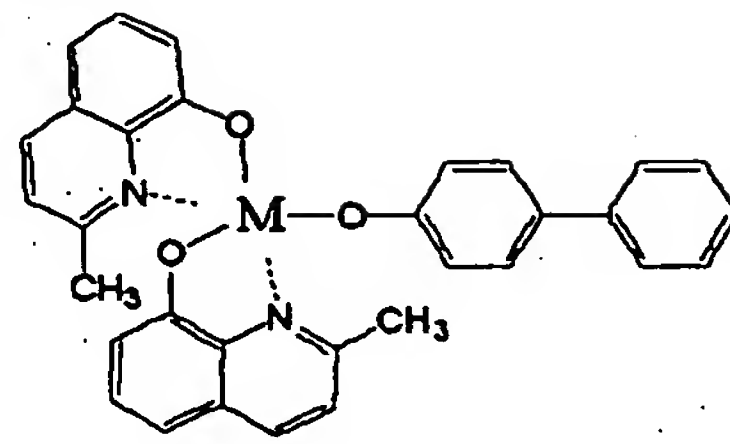
【0048】

【化7】

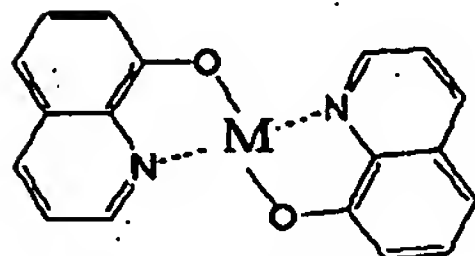
電子輸送性発光材料



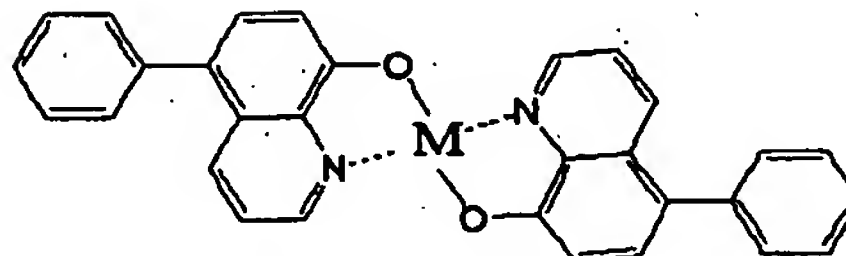
M: Al, Ga



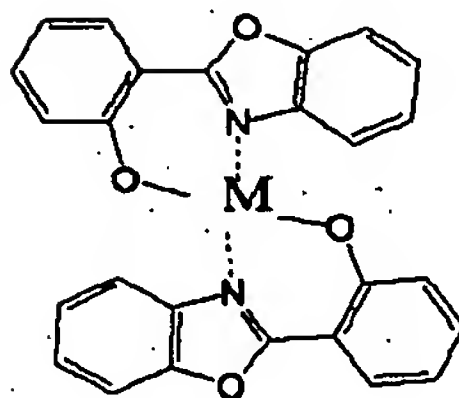
M: Al, Ga



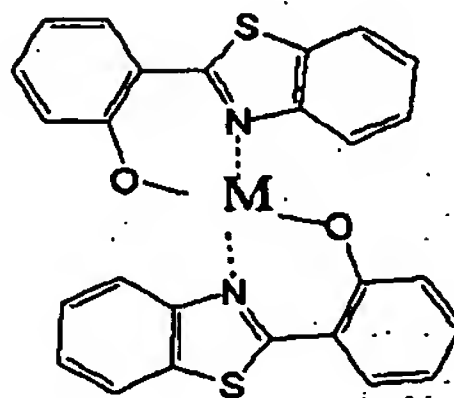
M: Zn, Mg, Be



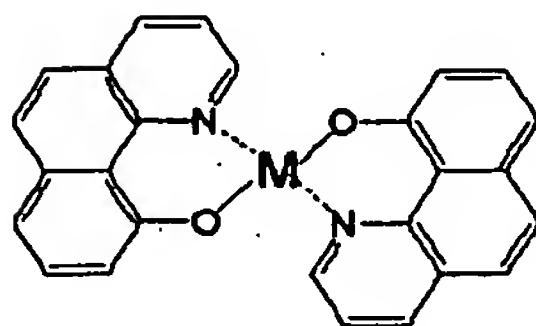
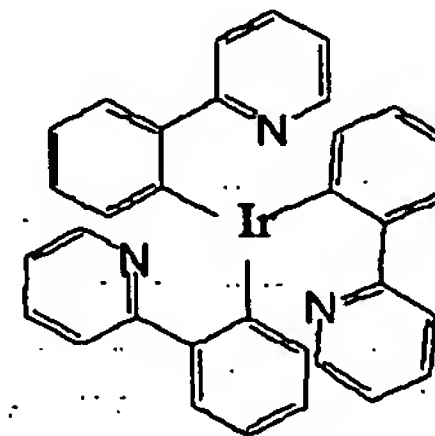
M: Zn, Mg, Be



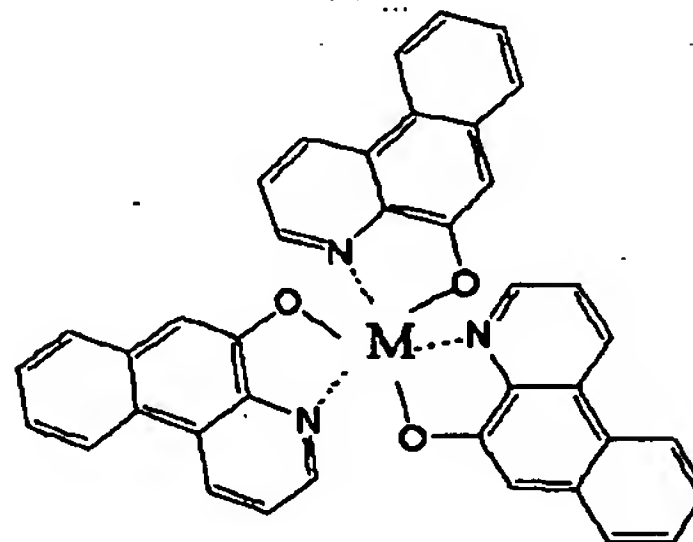
M: Zn, Mg, Be



M: Zn, Mg, Be



M: Zn, Mg, Be

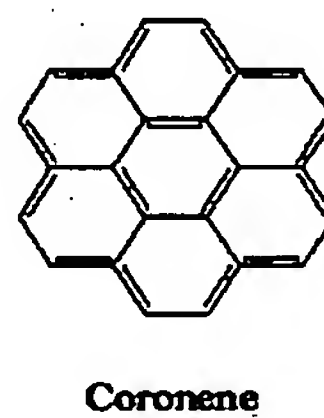
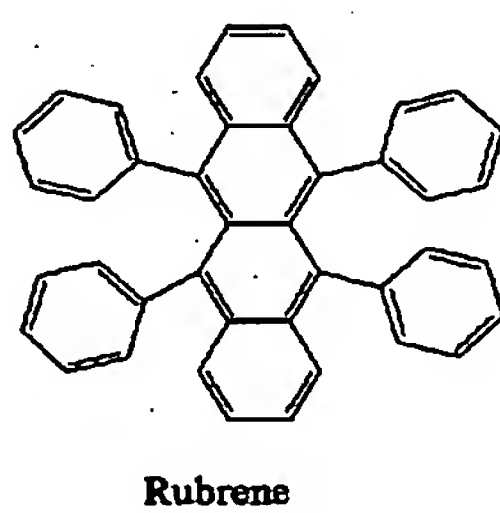
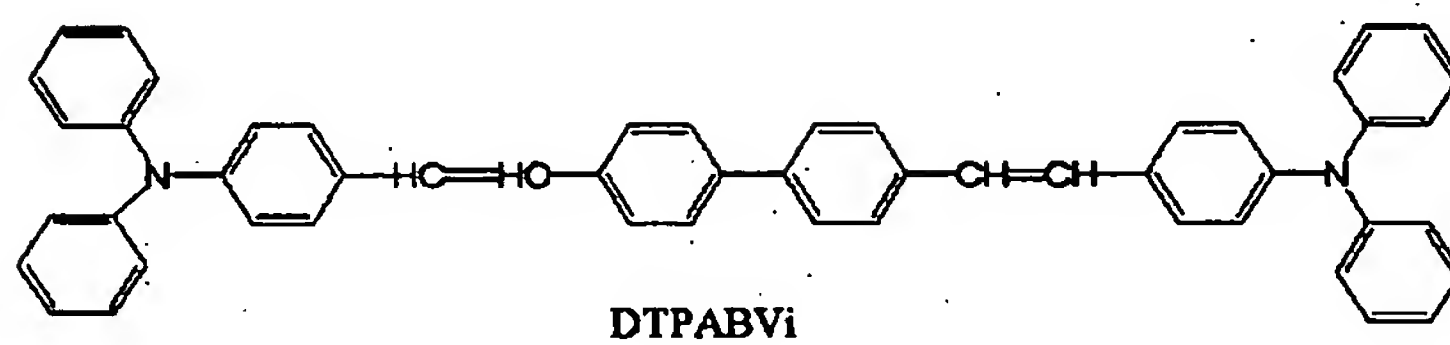
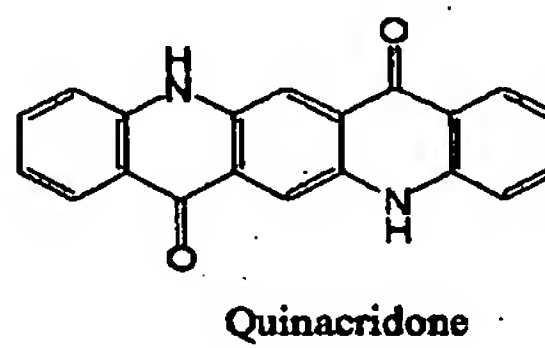
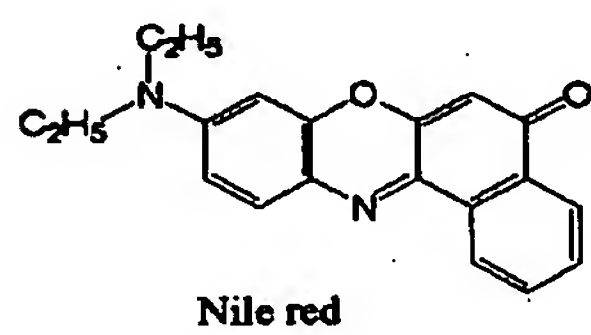
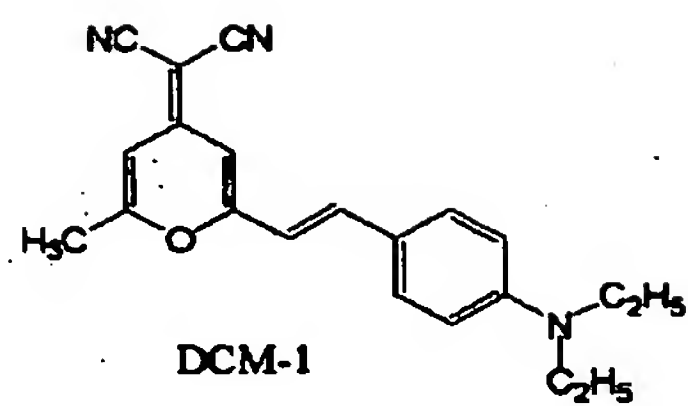
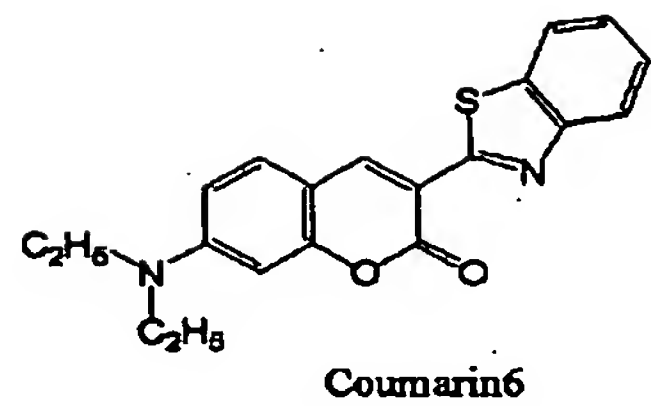


M: Al, Ga

【化8】

【0049】

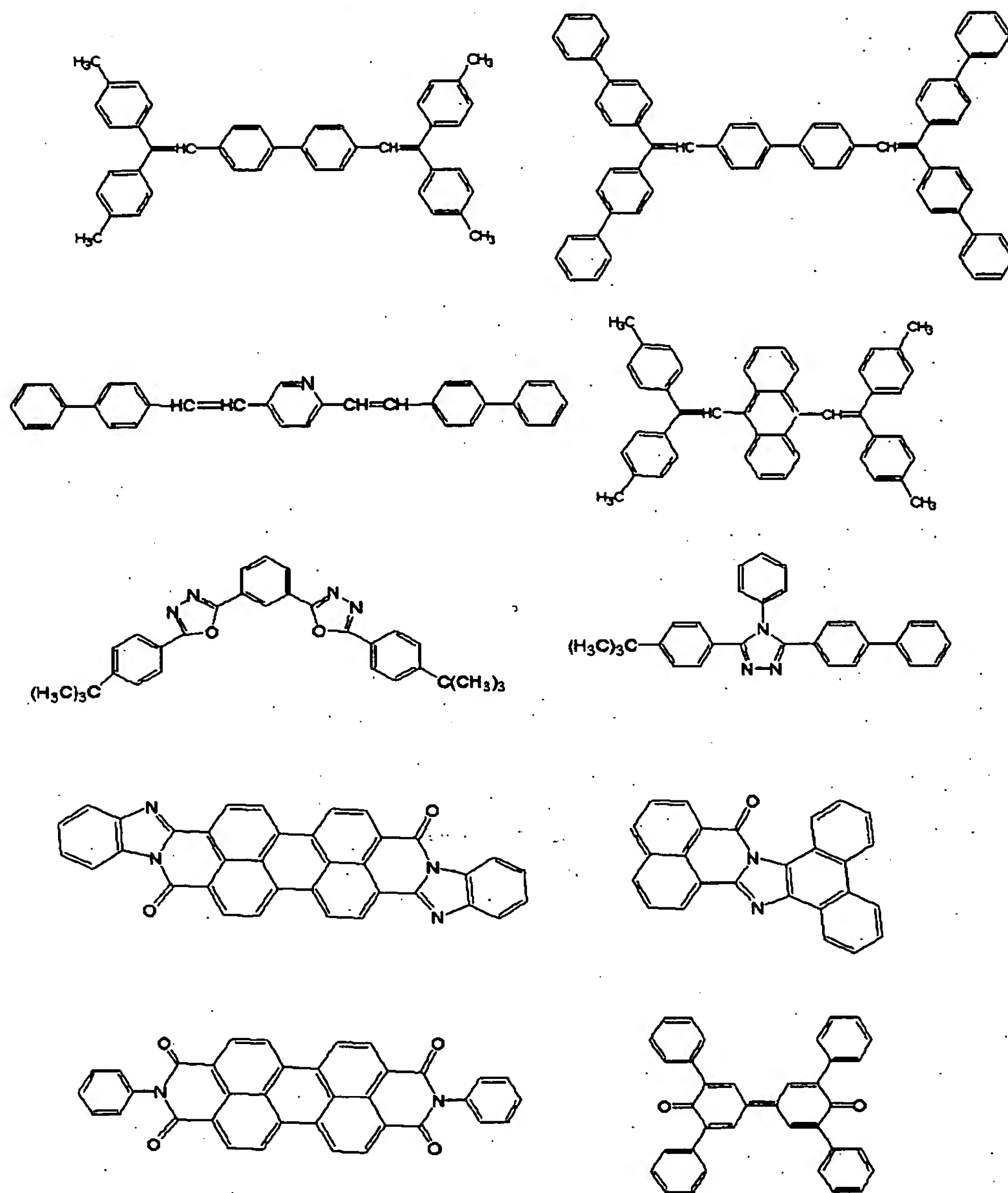
発光材料



【0050】

【化9】

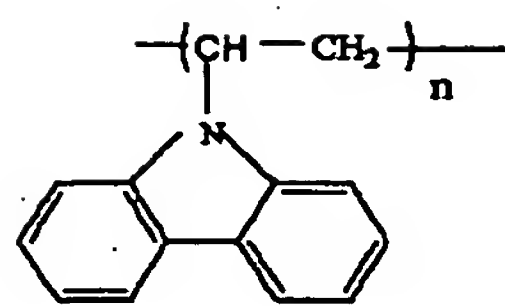
発光層マトリックス材料および電子輸送材料



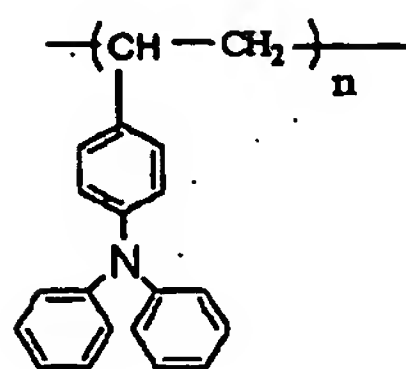
【0051】

【化10】

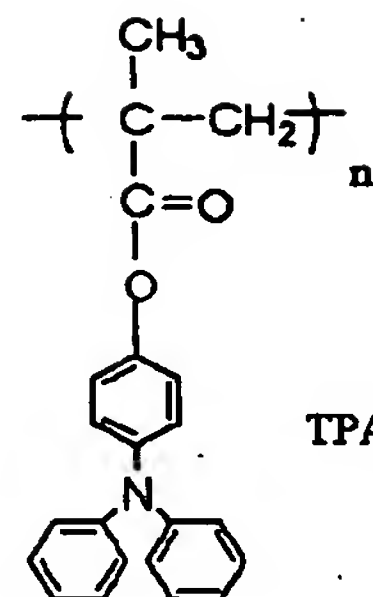
ポリマー系ホール輸送性材料



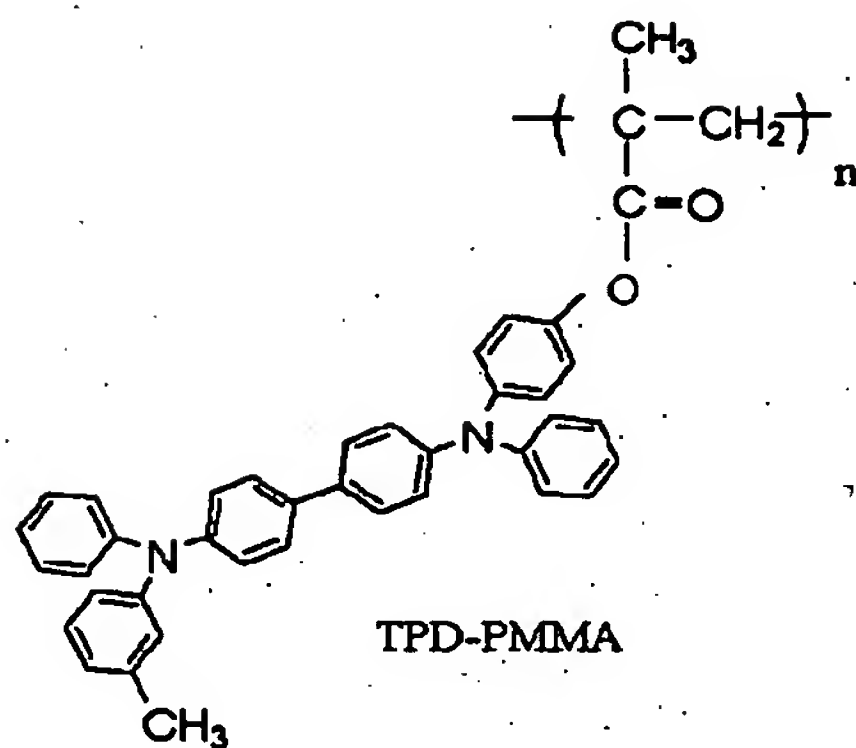
PVCz



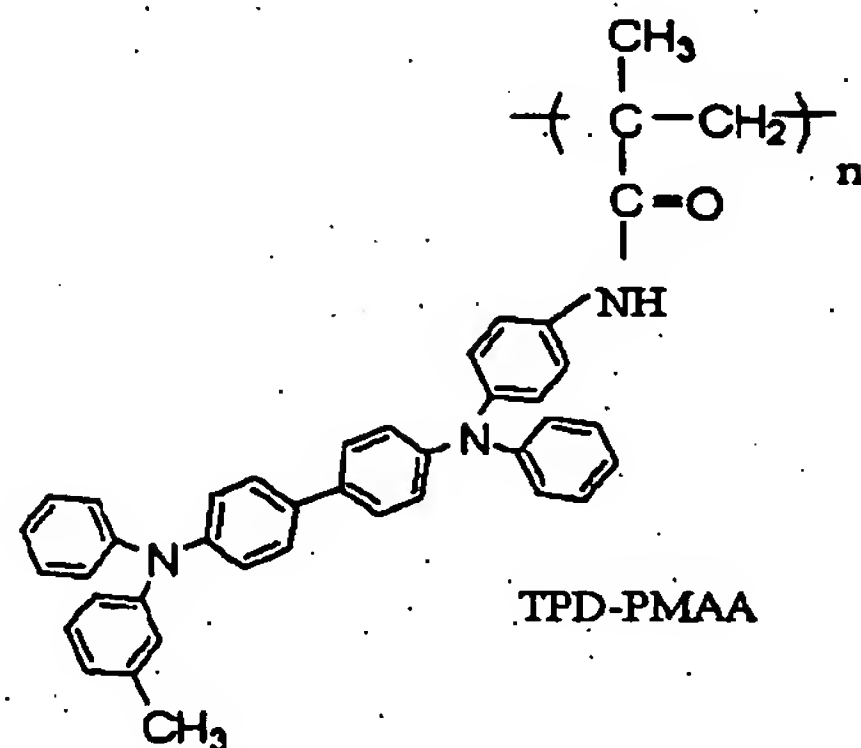
DPA-PS



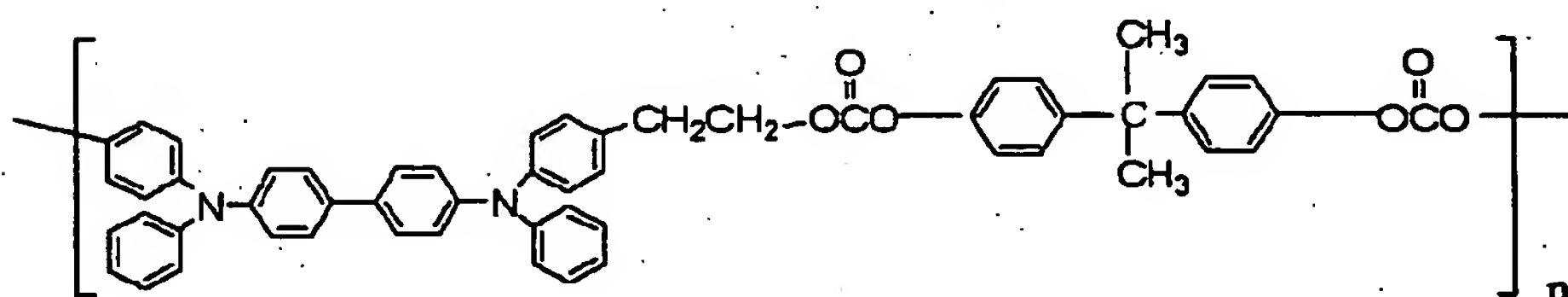
TPA-PMMA



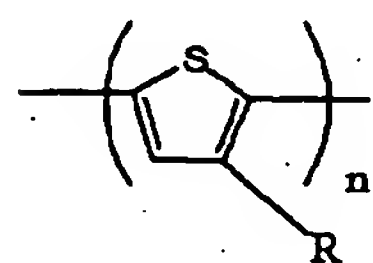
TPD-PMMA



TPD-PMAA

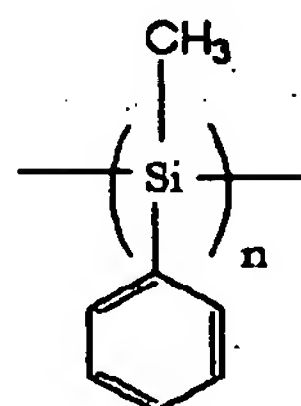


TPD-PCA

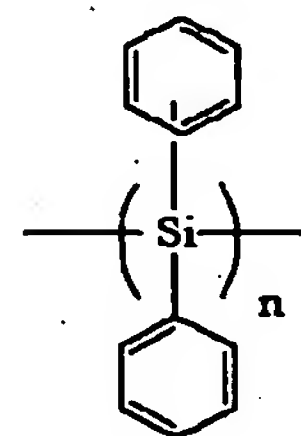


R: C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>, C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>, C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>

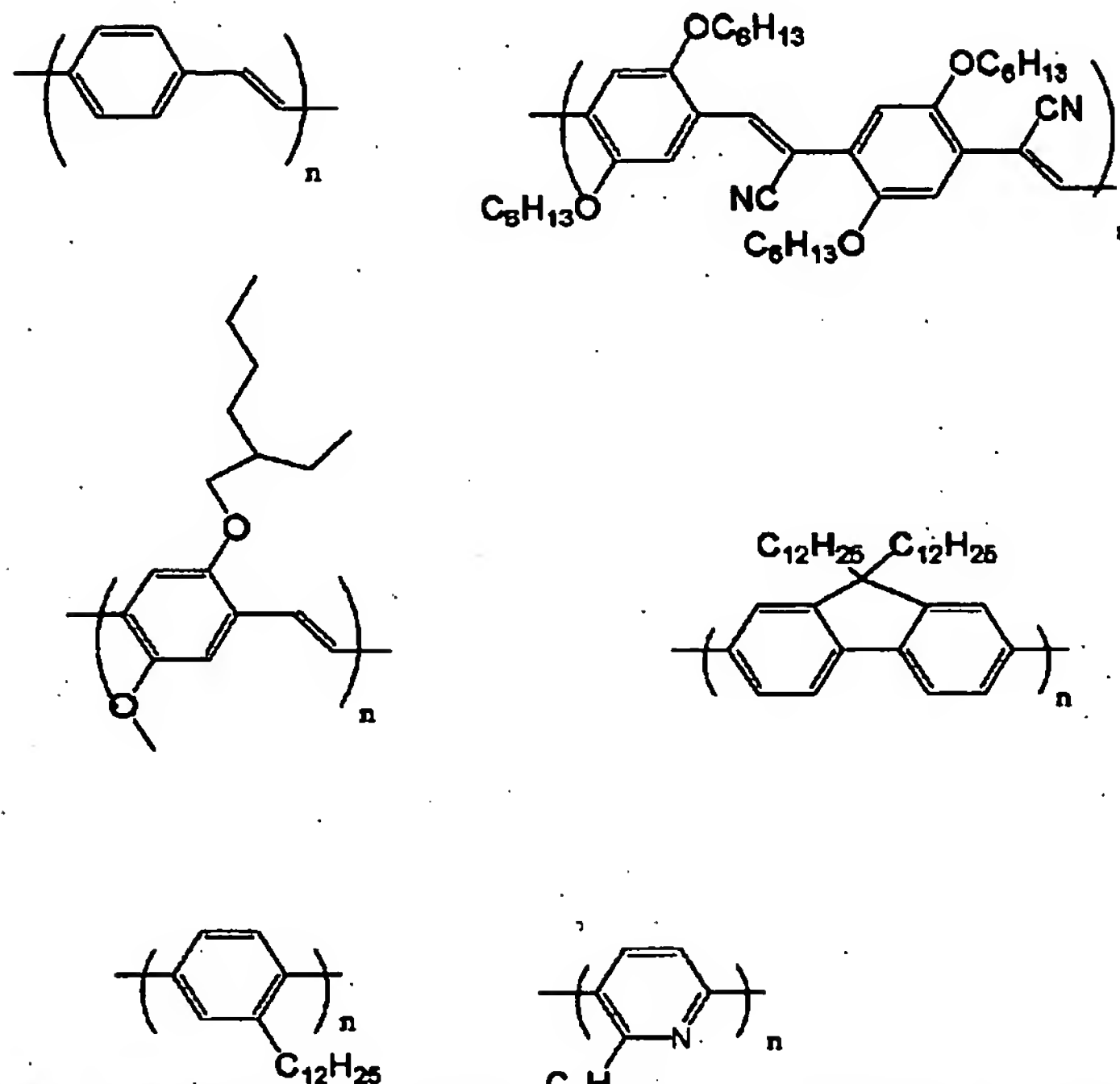
Poly thiophene



【化 1 1】 Poly silane



【0052】



【0053】本発明の有機発光素子において、一般式  
[1]で示される化合物を含有する層およびその他の有機化合物を含む層は、一般には真空蒸着法あるいは、適当な溶媒に溶解させて塗布法により薄膜を形成する。特に塗布法で成膜する場合は、適当な結着樹脂と組み合わせて膜を形成することもできる。

【0054】上記結着樹脂としては広範囲な結着性樹脂より選択でき、たとえばポリビニルカルバゾール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリスチレン樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ブチラール樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、ジアリルフタレート樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、ポリスルホン樹脂、尿素樹脂等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、これらは単独または共重合体ポリマーとして1種または2種以上混合してもよい。

【0055】陽極材料としては仕事関数になるべく大きなものがよく、例えば、金、白金、ニッケル、パラジウム、コバルト、セレン、バナジウム等の金属単体あるいはこれらの合金、酸化錫、酸化亜鉛、酸化錫インジウム（ITO）、酸化亜鉛インジウム等の金属酸化物が使用できる。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン、ポリフェニレンスルフィド等の導電性ポリマーも使用できる。これらの電極物質は単独で用いてもよく、複数併用することもできる。

【0056】一方、陰極材料としては仕事関数の小さなものがよく、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシ

ウム、マグネシウム、アルミニウム、インジウム、銀、鉛、錫、クロム等の金属単体あるいは複数の合金として用いることができる。酸化錫インジウム（ITO）等の金属酸化物の利用も可能である。また、陰極は一層構成でもよく、多層構成をとることもできる。

【0057】本発明で用いる基板としては、特に限定するものではないが、金属製基板、セラミックス製基板等の不透明性基板、ガラス、石英、プラスチックシート等の透明性基板が用いられる。また、基板にカラーフィルター膜、蛍光色変換フィルター膜、誘電体反射膜などを用いて発色光をコントロールする事も可能である。

【0058】なお、作成した素子に対して、酸素や水分等との接触を防止する目的で保護層あるいは封止層を設けることもできる。保護層としては、ダイヤモンド薄膜、金属酸化物、金属窒化物等の無機材料膜、フッ素樹脂、ポリバラキシレン、ポリエチレン、シリコーン樹脂、ポリスチレン樹脂等の高分子膜さらには、光硬化性樹脂等が挙げられる。また、ガラス、気体不透過性フィルム、金属などをカバーし、適当な封止樹脂により素子自体をパッケージングすることもできる。

【0059】

【実施例】以下に実施例により本発明をさらに具体的に説明していくが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0060】【実施例1】図3に示す構造の素子を作成した。

【0061】基板1としてのガラス基板上に陽極2とし

ての酸化錫インジウム (ITO) をスパッタ法にて120 nmの膜厚で成膜したものを透明導電性支持基板として用いた。これをアセトン、イソプロピルアルコール (IPA) で順次超音波洗浄し、IPAで煮沸洗浄、乾燥をした。さらに、UV/オゾン洗浄したものを透明導電性支持基板として使用した。

【0062】正孔輸送材料として、N, N'-ジフェニル-N, N'-m-トリル-4, 4'-ジアミノ-1, 1'-ビフェニル (以下TPD) 濃度が0.5 wt%となるように調整した溶液を、陽極2上に滴下し、最初に500 RPMの回転で10秒、次に1000 RPMの回転で1分間スピコートを行い膜形成した。その後10分間、80℃の真空オーブンで乾燥し、薄膜中の溶剤を完全に除去した。形成されたTPD膜 (ホール輸送層5) の厚みは50 nmであった。

【0063】次に、ホール輸送層5の上に発光層3のホスト材料としてトリス (8-キノリノラト) アルミニウム (Alq3)、更にドーパントとして前記例示化合物No. 1aを共蒸着して20 nmの発光層3を設けた。製膜速度はホストが0.3 nm/sec、ドーパントが0.1 nm/secになるよう調整しながら共蒸着を行った。

【0064】更に、電子輸送層6としてAlq3を真空蒸着法にて40 nmの膜厚に形成した。これら有機層の蒸着時の真空度は $4.0 \times 10^{-4}$  Pa、成膜速度は0.3 nm/secの条件であった。

【0065】次に、アルミニウム-リチウム合金 (リチウム濃度1原子%) からなる蒸着材料を用いて、先ほどの有機層の上に、真空蒸着法により厚さ10 nmの金属層膜を形成し、更に真空蒸着法により厚さ150 nmのアルミニウム膜を設け、アルミニウム-リチウム合金膜 (陰極4) を形成した。蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$  Pa、成膜速度は1.0~1.2 nm/secの条件で成膜した。

【0066】得られた有機EL素子は、水分の吸着によって素子劣化が起こらないように、乾燥空気雰囲気中で保護用ガラス板をかぶせ、アクリル樹脂系接着材で封止した。

【0067】得られた素子の発光スペクトルは630 nmにピークを持つ赤色であり、ホスト材すなわちAlq3の530 nm付近のピークはみられなかった。また、輝度は9 Vで $150 \text{ cd/m}^2$ 、12 Vで $300 \text{ cd/m}^2$ であった。

【0068】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を250 mA/cm<sup>2</sup>に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $110 \text{ cd/m}^2$ から72時間後 $95 \text{ cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0069】【実施例2】発光層として前記例示化合物No. 1aを真空蒸着法にて20 nmの膜厚に形成した以外は、実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を

行った。

【0070】得られた素子の発光スペクトルは、623 nmにピークを持つ赤色で、輝度は9 Vで $130 \text{ cd/m}^2$ 、12 Vで $285 \text{ cd/m}^2$ であった。

【0071】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を250 mA/cm<sup>2</sup>に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $100 \text{ cd/m}^2$ から72時間後 $85 \text{ cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0072】【実施例3】例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物2aを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0073】得られた素子の発光スペクトルは、630 nmにピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9 Vで $170 \text{ cd/m}^2$ 、12 Vで $350 \text{ cd/m}^2$ であった。

【0074】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を250 mA/cm<sup>2</sup>に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $130 \text{ cd/m}^2$ から72時間後 $115 \text{ cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0075】【実施例4】例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物2bを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0076】得られた素子の発光スペクトルは、636 nmにピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9 Vで $180 \text{ cd/m}^2$ 、12 Vで $385 \text{ cd/m}^2$ であった。

【0077】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を250 mA/cm<sup>2</sup>に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $145 \text{ cd/m}^2$ から72時間後 $135 \text{ cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0078】【実施例5】例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物2cを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0079】得られた素子の発光スペクトルは、640 nmにピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9 Vで $195 \text{ cd/m}^2$ 、12 Vで $400 \text{ cd/m}^2$ であった。

【0080】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を250 mA/cm<sup>2</sup>に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $150 \text{ cd/m}^2$ から72時間後 $140 \text{ cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0081】【実施例6】例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物2dを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0082】得られた素子の発光スペクトルは、633 nmにピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9 Vで $165 \text{ cd/m}^2$ 、12 Vで $340 \text{ cd/m}^2$ であった。

【0083】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を250 mA/cm<sup>2</sup>に保ち72時間電圧を印加したところ、初

期輝度 $125\text{cd/m}^2$ から72時間後 $105\text{cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0084】[実施例7] 例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物2eを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0085】得られた素子の発光スペクトルは、 $630\text{nm}$ にピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9Vで $155\text{cd/m}^2$ 、12Vで $330\text{cd/m}^2$ であった。

【0086】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を $250\text{mA/cm}^2$ に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $110\text{cd/m}^2$ から72時間後 $90\text{cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0087】[実施例8] 例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物10cを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0088】得られた素子の発光スペクトルは、 $635\text{nm}$ にピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9Vで $180\text{cd/m}^2$ 、12Vで $360\text{cd/m}^2$ であった。

【0089】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を $250\text{mA/cm}^2$ に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $135\text{cd/m}^2$ から72時間後 $115\text{cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0090】[実施例9] 例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物12cを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0091】得られた素子の発光スペクトルは、 $635\text{nm}$ にピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9Vで $180\text{cd/m}^2$ 、12Vで $360\text{cd/m}^2$ であった。

【0092】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を $250\text{mA/cm}^2$ に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $140\text{cd/m}^2$ から72時間後 $120\text{cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0093】[実施例10] 例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物15cを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0094】得られた素子の発光スペクトルは、 $620\text{nm}$ にピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9Vで $195\text{cd/m}^2$ 、12Vで $400\text{cd/m}^2$ であった。

【0095】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を $250\text{mA/cm}^2$ に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $150\text{cd/m}^2$ から72時間後 $130\text{cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0096】[実施例11] 例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物17cを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0097】得られた素子の発光スペクトルは、 $509$

$\text{nm}$ にピークを持つ橙色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9Vで $215\text{cd/m}^2$ 、12Vで $420\text{cd/m}^2$ であった。

【0098】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を $250\text{mA/cm}^2$ に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $170\text{cd/m}^2$ から72時間後 $150\text{cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0099】[実施例12] 例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物19cを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0100】得られた素子の発光スペクトルは、 $600\text{nm}$ にピークを持つ橙色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9Vで $250\text{cd/m}^2$ 、12Vで $500\text{cd/m}^2$ であった。

【0101】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を $250\text{mA/cm}^2$ に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $200\text{cd/m}^2$ から72時間後 $185\text{cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0102】[実施例13] 例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物24cを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0103】得られた素子の発光スペクトルは、 $610\text{nm}$ にピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9Vで $150\text{cd/m}^2$ 、12Vで $320\text{cd/m}^2$ であった。

【0104】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を $250\text{mA/cm}^2$ に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $110\text{cd/m}^2$ から72時間後 $90\text{cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0105】[実施例14] 例示化合物No. 1aに代えて、例示化合物31cを用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

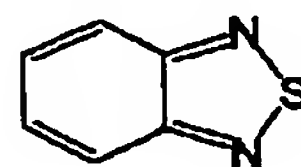
【0106】得られた素子の発光スペクトルは、 $640\text{nm}$ にピークを持つ赤色で、ホスト材のピークはみられなかった。また、輝度は9Vで $170\text{cd/m}^2$ 、12Vで $350\text{cd/m}^2$ であった。

【0107】さらに、窒素雰囲気下で電流密度を $250\text{mA/cm}^2$ に保ち72時間電圧を印加したところ、初期輝度 $135\text{cd/m}^2$ から72時間後 $115\text{cd/m}^2$ と輝度劣化は小さかった。

【0108】[比較例1] 例示化合物No. 1aに代えて、下記構造式の化合物を用いて実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行ったところ、ホスト材の発光に由来する発光スペクトルのみが得られた。

【0109】

【化12】



【0110】

【発明の効果】本発明の一般式〔1〕で示される化合物を用いた有機発光素子は、実施例および比較例から示される通り、これまで満足できるものが得られていない赤色の発光を供与するものであり、またホスト材料からの高効率なエネルギー移動を示す。また赤色発光としては、低い印加電圧で高輝度な発光が得られ、耐久性にも優れている。

【0111】特に、本発明の一般式〔1〕で示される化合物を用いた有機層は、発光層として有用であり、また、電子輸送層としても有用である。

【0112】さらに、素子の作成も真空蒸着あるいはキャスト法を用いて作成可能であり、比較的安価で大面積の素子を容易に作成できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における有機発光素子の一例を示す断面図である。

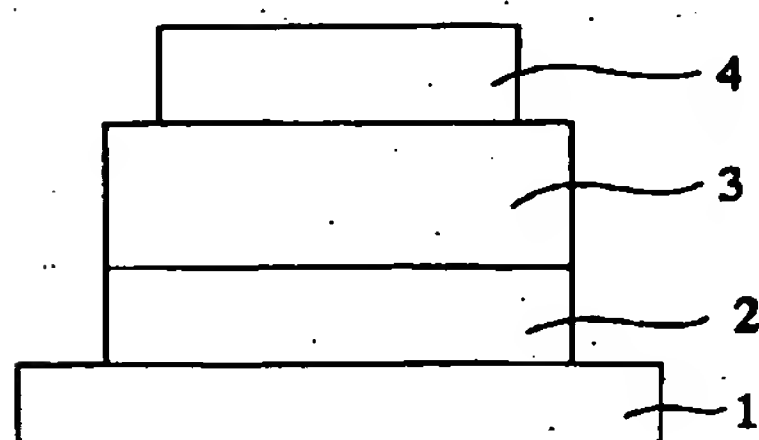
【図2】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

【図3】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

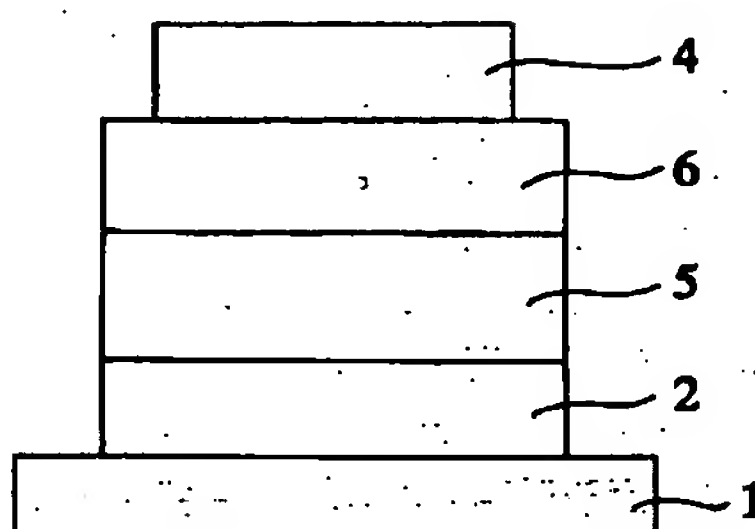
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 発光層
- 4 陰極
- 5 ホール輸送層
- 6 電子輸送層

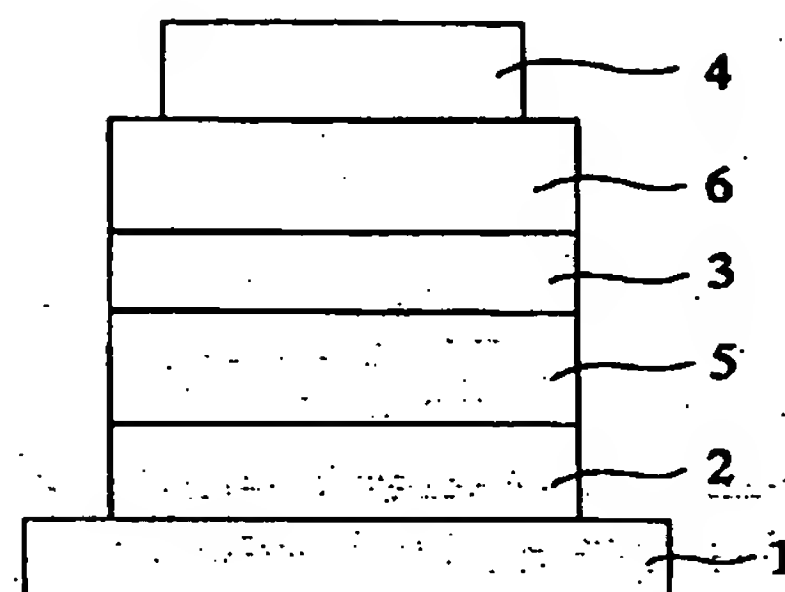
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

テーマコード (参考)

C 0 7 D 293/10  
417/12

C 0 7 D 417/12  
285/14

(72)発明者 上野 和則

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

Fターム (参考)

3K007 AB03 AB04 AB11 AB18 CA01  
CB01 DA01 DB03 EB00  
4C036 AD04 AD12 AD13 AD25 AD27  
4C056 AA01 AB02 AC04 AD03 AE03  
FA01 FB01 FC01  
4C063 AA01 BB09 CC67 DD14 EE10

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☒ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**